

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-77855

⑤ Int. Cl.⁴H 01 J 49/14
G 01 N 30/72

識別記号

庁内整理番号

7013-5C
7621-2G

④ 公開 昭和64年(1989)3月23日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑬ 発明の名称 液体クロマトグラフ質量分析装置

⑭ 特 願 昭62-234131

⑮ 出 願 昭62(1987)9月18日

⑯ 発 明 者 小 林 達 次 東京都昭島市武蔵野3丁目1番2号 日本電子株式会社内

⑰ 出 願 人 日本電子株式会社 東京都昭島市武蔵野3丁目1番2号

明 細 書

1. 発明の名称

液体クロマトグラフ質量分析装置

2. 特許請求の範囲

イオン源と、液体クロマトグラフと、該液体クロマトグラフで分離された試料液を前記イオン源内に置かれたターゲット面に供給するための導入管と、前記ターゲット面上の試料液をイオン化する手段と、前記液体クロマトグラフに供給する移動相の混合比を変えるための手段と、余剰試料液を排出するため前記導入管に接続されるスプリッタと、前記ターゲット面に供給する試料液の流量を調整するため該スプリッタの流路中に設けられた弁とを備えた装置において、前記移動相の混合比に応じて前記弁を制御するように構成したことを特徴とする液体クロマトグラフ質量分析装置。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、液体クロマトグラフで分離された試料液を質量分析装置で分析する装置に関し、特に

液体クロマトグラフにおける移動相の混合比の変化に拘らず常に一定量の試料液をイオン化室内のターゲット面に供給することのできる装置を提供するものである。

〔従来技術〕

液体クロマトグラフで分離された試料液を質量分析装置のイオン源に直接導入してイオン化する方法として第4図に示すような構造のものがある。

第4図において、1は質量分析装置の質量分析系、2はイオン源、3はイオン化室、4はイオン化室3内で生成されたイオンIの加速と集束を行なう電極群、5は一次ビーム発生器、6は前記イオン源2内を排気管7を介して排気するための例えば油拡散ポンプのような高真空用ポンプ、8は液体クロマトグラフ、9は液体クロマトグラフからの試料液を前記イオン化室2内に導入するための導入管、10はこの導入管の先端に取付けられる多孔性部材、11はその取付け部分で余剰試料液をスプリットする排出管、12はこの排出管に接続された流量調整弁、13はグラジェントコン

トローラである。

このような導入方式では、液体クロマトグラフ8からの送液量は10～2000μℓ/分程度で、一方多孔性部材10を介してイオン化室2内へ滲み出す試料液の流量は5μℓ/分程度であるため、スプリット比は1:2～1:400程度となる。また、前記流量調整弁12の開閉度を変えることによりスプリット比を変えることができる。

次に、グラジエントコントローラ13を駆動させれば、グラジエント分析を行なうことができる。これは液体クロマトグラフ8に導入する移動相として例えばメタノールと水との混合液を使用し、その混合比を予め設定したプログラムに応じて連続的に変化させながら分析する手法である。

[発明が解決しようとする問題点]

このように移動相としてメタノールと水との混合液を用いた場合、メタノールと水では粘性が異なる(20℃におけるメタノールと水の粘度は夫々0.594 cPと1.002 cPである)。従って、グラジエントコントローラ13により移動

相の混合比が変えられるたびに移動相の粘性が変化し、それによって導入管9及び多孔性部材10を通過する移動速度が変わるため、多孔性部材10から滲み出る試料液の流量が変動し、生成されるイオン量が変動する。その結果、安定したイオン化を行なうことができなくなる。

そこで、本発明はかかる点に鑑みてなされたものであり、移動相の混合比の変化に拘らず多孔性部材から滲み出る試料液の流出量を一定に維持することのできる装置を提供することを目的とするものである。

[問題点を解決するための手段]

上記目的を達成するため、本発明はイオン源と、液体クロマトグラフと、該液体クロマトグラフで分離された試料液を前記イオン源内に置かれたターゲット面に供給するための導入管と、前記ターゲット面上の試料液をイオン化する手段と、前記液体クロマトグラフに供給する移動相の混合比を変えるための手段と、余剰試料液を排出するため前記導入管に接続されるスプリッタと、前記ター

ゲット面に供給する試料液の流量を調整するため該スプリッタの流路中に設けられた弁とを備えた装置において、前記移動相の混合比に応じて前記弁を制御するように構成したことを特徴とするものである。

以下、本発明の実施例を図面に基づいて詳説する。

[実施例]

第1図は本発明の一実施例を示す構成略図であり、第4図と同一符号のものは同一構成要素を示す。

第1図において、14はイオン源2内の圧力を測定するための真空計で、排気管7の途中に設けられている。15はこの真空計14からの出力信号と基準電源16からの基準信号とを比較するための比較回路で、この比較回路からの差信号により流量調整弁12の開閉度を制御するモータ17を駆動させる。

かかる構成において、グラジエントコントローラ13により液体クロマトグラフ8に導入する移

動相の混合比を変化させると、それに伴う移動相の粘性の変化により多孔性部材10から滲み出る試料液の流出量が増加する。このように試料液の流出量が変わると、試料液から発生するガス分子の量もそれに対応して変化し、その結果、イオン源2内の圧力が試料液の流出量変化に対応して変化することになる。そこで、真空計14から得られるイオン源2内の圧力信号を基準電源16からの基準信号と比較し、両者の差信号に基づいて流量調整弁12を制御すれば、イオン源2内の圧力を上記基準信号に対応した一定値に維持することができる。従って、移動相の粘性の変化に拘らず、多孔性部材10から滲み出る試料液の流量を一定に維持することができる。なお、基準信号を適宜設定することにより、試料液の流量を適宜設定できることは言うまでもない。

第2図は本発明の他の実施例を示す構成略図であり、第1図と同一番号のものは同一構成要素を示す。

第2図において、18は排出管11に接続され

た送気管で、ガスボンベ19から発生したガスを定圧バルブ20を介して排出管11に送っている。

このように定圧バルブ20により排出管11内に一定圧力の空気あるいは窒素ガス等のガスを存在させると、液体クロマトグラフ8の送出流量に僅かな変動が生じて、その変動分は前記ガスの容積が変化することで吸収され、多孔性部材10の位置における試料液の圧力は前記ガスの圧力に関連した一定の圧力に常に保たれることになる。従って、多孔性部材10から滲み出る試料液の流量を一定に保つことができる。また、多孔性部材から滲み出る試料液の流量を調節するには、送液管18に供給するガスの圧力を適宜調節することにより多孔性部材10の位置における試料液の圧力を調整すれば良い。

そこで、比較回路15において真空計14から得られるイオン源2内の圧力信号を基準電源16からの基準信号と比較し、両者の差信号に基づいて前記定圧バルブ20を制御することにより排出管11に供給するガスの圧力を制御すれば、イオ

ン源2内の圧力を上記基準信号に対応した一定値に維持することができ、従って、移動相の粘性の変化に拘らず、多孔性部材10から滲み出る試料液の流量を一定に維持することができる。なお、基準信号を適宜設定することにより、試料液の流量を適宜設定できることは言うまでもない。

なお、前述の説明は本発明の一例であり、実施にあたっては幾多の変形が考えられる。例えば、イオン化室内に導入した試料液のイオン化には、電子衝撃イオン化、化学イオン化、レーザ照射イオン化等一次ビーム衝撃イオン化に限らず各種イオン化方法が適用できる。

また、上記実施例では、導入管9の端部に排出管11を接続し、この部分でスプリットするようにしたが、第3図に示すように排出管11を導入管9の途中に接続してその部分でスプリットするようにしても良い。

さらに、上記各実施例では、移動相の混合比の変化に基づく試料液の流量変化を打ち消して流量を一定に維持するためにイオン源2内の圧力を検

出して流量調整弁12あるいは定圧バルブ20を制御するようになったが、圧力を検出しないで第1図及び第2図中点線で示すようにグラジエントコントローラ13からの出力信号に基づいて前記流量調整弁12あるいは定圧バルブ20を制御することも可能である。

即ち、移動相の混合比をわずかなずつ変化させ、それにより移動相の粘性度が変化しても試料液の流出量が一定になるようにするための流量調整弁あるいは定圧バルブの開閉度を予め測定し、それを混合比—開閉度テーブルとしてバルブ制御回路21に記憶させておく。そして、グラジエントコントローラ13から送られる混合比に関する情報に基づき、該テーブルから開閉度の情報を読出し、該情報により流量調整弁あるいは定圧バルブを制御すれば、グラジエントコントローラ13による移動相の混合比の変化に拘らず、試料液の流出量を一定に維持することができる。

さらに、上記各実施例では、1つの流量調整弁あるいは定圧バルブの開閉度を連続的に変化させ

たが、開閉度は必ずしも連続的ではなく、段階的に変化させるようにしても良い。このような場合には、開閉度を少しずつ変えた複数の弁を並列に配置し、これらの弁の内の1つを切換弁により選択するようにすることも考えられる。

さらに、上記実施例では、多孔性物質を用いて試料液をイオン源内に導入させたが、これに限定されることなく、微小径のキャピラリーにてターゲット面に直接試料液を供給する方式のイオン源にも同様に実施することができる。

[効果]

以上詳述した如く本発明によれば、移動相の混合比の変化に拘らず多孔性部材から滲み出る試料液の流出量を一定に維持することのできる装置を提供することができる。

4. 図面の簡単な説明

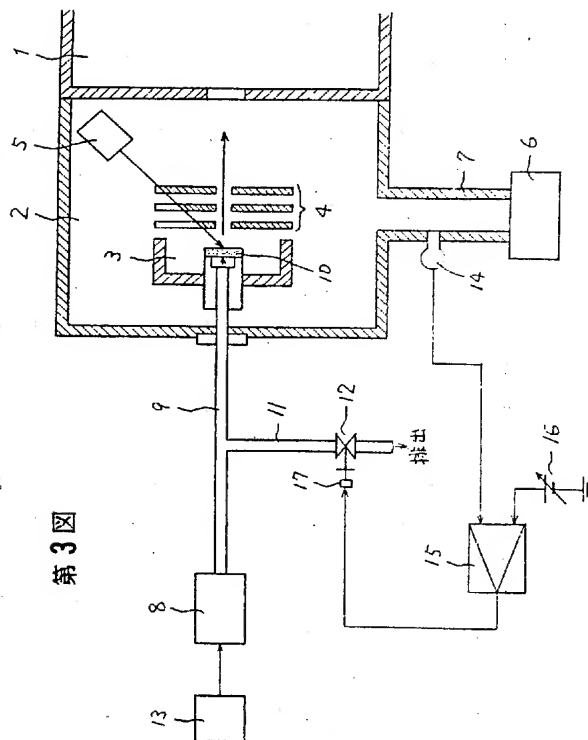
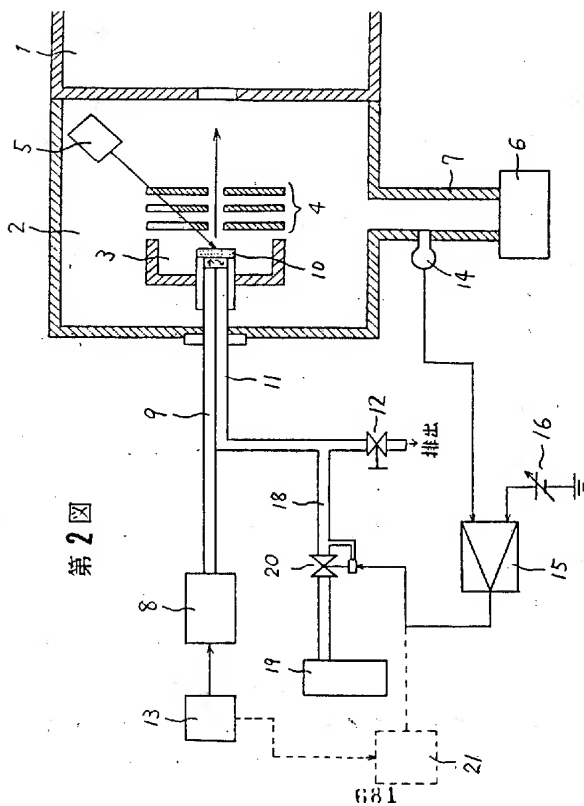
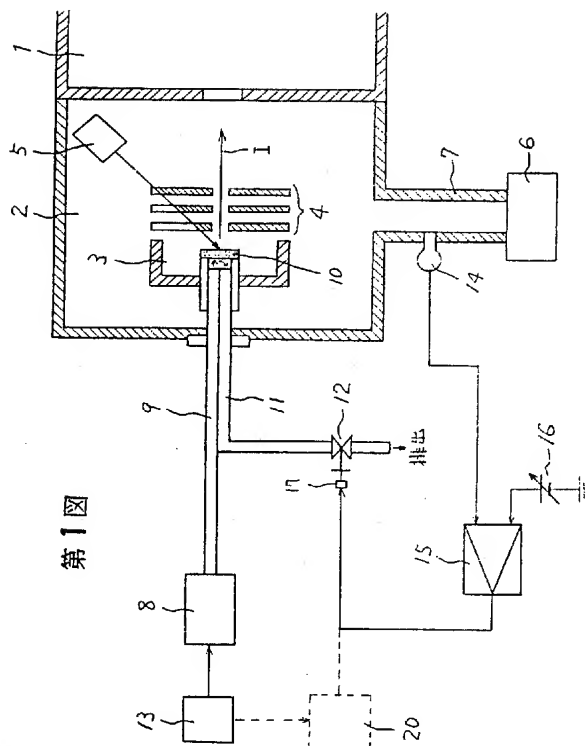
第1図は本発明の一実施例を示す構成略図、第2図及び第3図は本発明の他の実施例を示す構成略図、第4図は従来例を説明するための図である。

1：質量分析系

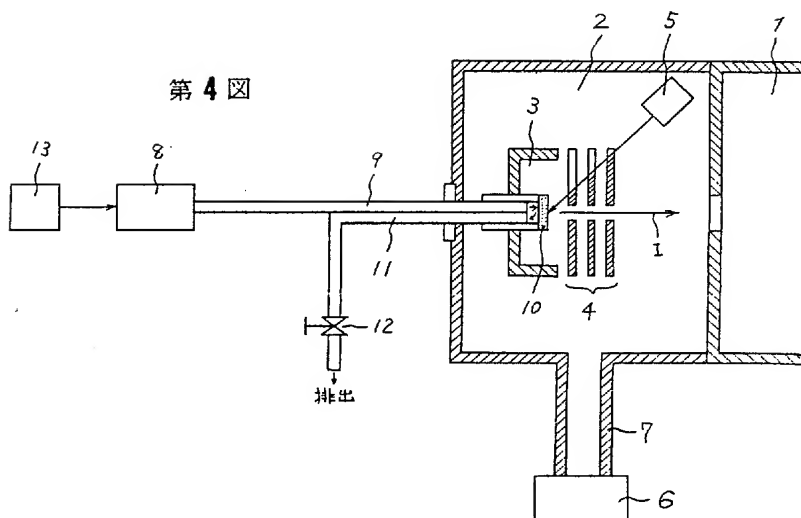
2：イオン源

- 3 : イオン化室 6 : 高真空ポンプ
 7 : 排気管
 8 : 液体クロマトグラフ
 9 : 導入管 10 : 多孔性部材
 11 : 排出管 12 : 流量調整弁
 13 : グラジエントコントローラ
 14 : 真空計 15 : 比較回路
 16 : 基準電源 17 : モータ
 18 : 送気管 19 : ガスポンプ
 20 : 定圧バルブ 21 : バルブ制御回路

出願人 日本電子株式会社



第 4 図



PAT-NO: JP401077855A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 01077855 A
TITLE: LIQUID CHROMATOGRAPH MASS
ANALYZER
PUBN-DATE: March 23, 1989

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
KOBAYASHI, TATSUJI	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
JEOL LTD	N/A

APPL-NO: JP62234131
APPL-DATE: September 18, 1987

INT-CL (IPC): H01J049/14 , G01N030/72

US-CL-CURRENT: 250/283

ABSTRACT:

PURPOSE: To maintain the flow of a sample solution oozed out from a porous member regardless of the mixing ratio of the moving phase by controlling a valve to regulate the flow of the sample solution which is fed to the target surface responding to the mixing ratio of the moving phase.

CONSTITUTION: By converting the mixing ratio of the moving phase introduced to a liquid chromatograph 8 by a gradient controller 13, the flow of a sample solution oozed out from a porous member 10 is converted by the variation of viscosity of the moving phase following the variation of the mixing ratio. From the variation of the flow of the sample solution in such a way, the gas molecule amount generated from the sample solution is converted responding to the above variation, and the pressure in an ion source 2 is converted responding to the flow variation of the sample solution. The pressure signal in the ion source 2 obtained from a vacuum gauge 14 is compared with the standard signal from a standard power supply 16, and by controlling a flow regulation valve 12 depending on a difference signal between the both signals, the pressure in the ion source 2 can be maintained at a specific value responding to the standard signal, and the flow of the sample solution oozed out from the porous member 10 can be maintained constant regardless of the variation of the viscosity of the moving phase.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio